

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/FR04/003356

International filing date: 22 December 2004 (22.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: FR
Number: 0315396
Filing date: 24 December 2003 (24.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 13 May 2005 (13.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 26 AVR. 2005

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M+Planché', enclosed within a large, stylized oval loop.

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr





26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 e W / 210502

REMISE DES PIÈCES DATE 24 DEC 2003 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 24 DEC. 2003		Réservé à l'INPI 0315396		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET LAVOIX 62, rue de Bonnel 69448 LYON CEDEX 03	
Vos références pour ce dossier (facultatif) BFF 03L0108 (R03176)					
Confirmation d'un dépôt par télécopie			<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie		
2 NATURE DE LA DEMANDE			Cochez l'une des 4 cases suivantes		
Demande de brevet			<input checked="" type="checkbox"/>		
Demande de certificat d'utilité			<input type="checkbox"/>		
Demande divisionnaire			<input type="checkbox"/>		
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale			N°		Date
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale			<input type="checkbox"/>		Date
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE ET INSTALLATION DE DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES REPRESENTATIVES D'UNE TRANSFORMATION PHYSIQUE ET/OU CHIMIQUE INTERVENANT DANS UN MICRO-REACTEUR					
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE			Pays ou organisation Date		
			N°		
			Pays ou organisation Date		
			N°		
			Pays ou organisation Date		
			N°		
			<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)			<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale		
			<input type="checkbox"/> Personne physique		
Nom ou dénomination sociale			RHODIA CHIMIE		
Prénoms					
Forme juridique					
N° SIREN					
Code APE-NAF					
Domicile ou siège	Rue		26 Quai Alphonse Le Gallo		
	Code postal et ville		19 12 15 11 2 BOULOGNE-BILLANCOURT		
	Pays		FRANCE		
Nationalité			FRANÇAISE		
N° de téléphone (facultatif)			N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)					
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»					

Remplir impérativement la 2^{ème} page



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2

BR2

REMISE DES PIÈCES
DATE **24 DEC 2003**
LIEU **69 INPI LYON**
N° D'ENREGISTREMENT **0315396**
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W / 210502

6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)		
Nom		
Prénom		
Cabinet ou Société		CABINET LAVOIX
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	62, rue de Bonnel
	Code postal et ville	69 004 LYON CEDEX
	Pays	FRANCE
N° de téléphone (facultatif)		04 78 60 52 84
N° de télécopie (facultatif)		04 78 60 90 89
Adresse électronique (facultatif)		
7 INVENTEUR (S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="checkbox"/>
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes		
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) CABINET LAVOIX Jean-Philippe SCHOULLER CPI N° 00-0409		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI

La présente invention concerne un procédé et une installation de détermination des caractéristiques représentatives d'une transformation physique et/ou chimique intervenant dans un micro-réacteur.

5 Par transformation, on entend notamment une réaction de type chimique et/ou physique, - comme par exemple tout type de réaction chimique classique, ainsi qu'également une cristallisation ou une précipitation, ou encore une modification d'un équilibre liquide/vapeur, etc...

10 Au sens de l'invention, la détermination des caractéristiques représentatives de la transformation peut tout d'abord consister à déterminer les paramètres propres à cette transformation. Ces derniers désignent notamment les paramètres cinétiques, thermodynamiques ou autres. La
15 détermination de ces paramètres est d'un intérêt majeur, dans la mesure où elle assure une connaissance approfondie de la transformation considérée.

Au sens de l'invention, la détermination des caractéristiques représentatives de la transformation peut
20 également consister à déterminer les paramètres de conduite de cette transformation, dans le cadre du procédé, à l'échelle pilote ou industriel, dans lequel s'opère la transformation précitée. Ces paramètres de conduite sont notamment des modifications apportées à la température, aux
25 débits et aux concentrations en entrée des produits intervenant lors de cette transformation.

Les micro-réacteurs sont des outils utilisés notamment dans les domaines de la chimie analytique, de la biochimie, du diagnostic clinique, de la chimie médicale et de
30 l'industrie chimique. La dimension caractéristique des micro-réacteurs, visés par l'invention, est comprise entre la dizaine de micromètres et le millimètre. Un micro-réacteur est décrit, de façon typique, par exemple dans EP-A-0 616 218.

Il est déjà connu de procéder à la détermination, au moyen d'un micro-réacteur, des paramètres propres à une transformation, tels qu'évoqués ci-dessus. Cependant, de façon classique, le flux réactionnel est uniquement analysé en sortie de ce micro-réacteur, soit lorsque la transformation est arrivée à son terme ou a atteint un état d'avancement souhaité, soit moyennant l'arrêt de l'avancement de cette transformation, par l'intermédiaire d'une trempe ou analogue.

10 Cette solution connue présente cependant certains inconvénients.

En effet, elle nécessite de nombreuses mesures et de nombreux essais et, de ce fait, d'arrêts (trempes ou autres) de la transformation. Cette solution implique donc
15 des temps d'étude conséquents.

De plus, elle ne garantit pas nécessairement une précision suffisante à l'analyse ainsi réalisée. Lorsqu'on fait appel à une trempe ou à un moyen d'analyse intrusif, un tel manque de précision est notamment dû au fait que le
20 volume de la cellule d'analyse est du même ordre, voire plus élevé, que le volume du micro-réacteur lui-même. Dans chacun de ces cas, la transformation risque de se poursuivre au sein même du volume d'analyse, même moyennant l'utilisation d'une trempe.

25 Ceci étant précisé, la présente invention vise à remédier à ces différents inconvénients.

A cet effet, elle a pour objet un procédé de détermination des caractéristiques représentatives d'une transformation physique et/ou chimique, notamment d'une
30 réaction, cette transformation intervenant dans un milieu, notamment réactionnel, s'écoulant au sein d'au moins un micro-réacteur, dans lequel :

- on réalise un écoulement en régime permanent du milieu dans au moins une région du micro-réacteur ;

- on accède, par l'intermédiaire d'un moyen d'analyse, à au moins un point de l'écoulement permanent ;

- on réalise au moins une mesure d'au moins une grandeur caractéristique du milieu, en le ou en chaque point, par l'intermédiaire du moyen d'analyse ; et

- on détermine des caractéristiques représentatives de la transformation, en fonction du résultat de la ou de chaque mesure.

Au sens de l'invention, la ou chaque grandeur caractéristique du milieu, mesurée par le moyen d'analyse, est par exemple la concentration en l'un et/ou l'autre des réactifs, réactants et/ou produits intervenant au sein de la transformation, ou encore la température ou bien la densité.

Le régime permanent peut être défini, de façon classique, comme un régime pour lequel sont sensiblement constants dans le temps, d'une part, les différentes grandeurs de la transformation intervenant dans le milieu en un même point de celui-ci et, d'autre part, les différents paramètres relatifs à l'écoulement de ce milieu, tels que notamment le débit. L'instauration d'un tel écoulement permanent, dans le micro-réacteur, est réalisée de façon connue en soi par l'homme du métier.

Au sens de l'invention, un moyen d'analyse est l'élément actif d'un appareil d'analyse, qui s'étend entre le corps de cet appareil et le milieu à analyser. Ainsi, un tel moyen d'analyse peut être un faisceau laser dans le cas d'un spectre Raman, un rayon ultra-violet ou infra-rouge dans le cas d'un spectrophotomètre, ou encore une sonde de température, un appareil de détermination en ligne de la densité ou encore plus simplement la vue.

L'invention permet notamment de réaliser les objectifs précédemment mentionnés.

En effet, elle autorise un suivi « in situ », à savoir dans le micro-réacteur lui-même, par opposition au suivi qui était opéré dans l'art antérieur, en sortie de ce micro-réacteur. Dans ces conditions, la détermination des caractéristiques représentatives de la transformation, réalisée grâce à l'invention, est d'une précision notablement accrue par rapport à cet art antérieur.

En outre l'invention permet de déterminer l'ensemble des paramètres chimiques et/ou physiques choisis, moyennant la mise en œuvre d'une seule transformation, sans qu'il soit nécessaire de répéter la même transformation plusieurs fois en opérant des trempes successives ou des essais à temps de passage variables.

Il convient de remarquer que la détermination des caractéristiques d'une transformation, mise en œuvre dans des réacteurs standards, ne peut être aisément transposée aux micro-réacteurs visés par l'invention. Ainsi, un réacteur, même de taille restreinte, ne peut être assimilée à un micro-réacteur, étant donné que ces deux types d'outils présentent des spécificités notablement différentes.

Les différences évoquées ci-dessus, entre les micro-réacteurs et les réacteurs de type standard, sont d'autant plus notables à l'échelle pilote ou industriel. En effet, ces deux types de réacteurs s'accompagnent d'extrapolations totalement différentes, voire opposées. Ainsi, dans le cas des réacteurs de type standard, il est fait appel à une extrapolation, à savoir un changement de la taille du réacteur.

Ceci est à comparer avec la réplique, mise en œuvre dans le domaine des micro-réacteurs, qui consiste à placer plusieurs de ces micro-réacteurs en parallèle, sans en faire varier notablement les dimensions. A cet égard, les micro-réacteurs permettent plus aisément l'étude de

transformations dont la cinétique est très rapide, autorisant des transformations sous hautes, voire très hautes pressions, avec de moindres risques d'explosion. Ils présentent également une résistance élevée aux hautes
5 températures, ce qui permet de réduire les risques d'emballement thermique.

Ces micro-réacteurs, en raison de leur taille, sont également très avantageux d'un point de vue économique et du point de vue de la toxicité des divers produits de la
10 transformation mise en œuvre. Les faibles quantités desdits produits utilisées font de ces micro-réacteurs des outils très sûrs et performants en comparaison aux réacteurs standards.

Par ailleurs, les procédés mis en œuvre dans l'état de
15 la technique au moyen de systèmes de type micro-fluidique, ne peuvent pas non plus être transposés, de façon simple, au domaine visé par la présente invention, pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment.

En effet, dans le domaine micro-fluidique,
20 interviennent des problèmes de transfert thermique, ainsi que des insuffisances en termes de résistance à la pression, auxquels permettent de remédier les micro-réacteurs. Ces derniers présentent donc une polyvalence bien supérieure à celle des systèmes micro-fluidiques, tout
25 en possédant une taille très restreinte.

On notera également que l'objet de l'invention se démarque manifestement d'un procédé, dans lequel on se contenterait de vérifier les paramètres d'une transformation au sein du micro-réacteur, alors que ces
30 paramètres auraient été déterminés au préalable. En effet, dans l'invention, l'écoulement du milieu au sein du micro-réacteur permet, non pas une étape de validation, mais une étape supplémentaire de détermination, permettant d'accéder à des caractéristiques non encore connues a priori.

Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, on accède à différents points de l'écoulement permanent, qui sont distincts les uns des autres dans le temps et/ou dans l'espace. Ceci autorise une connaissance plus poussée et plus rapide de la transformation dont on cherche à déterminer les caractéristiques représentatives.

Selon une première variante de l'invention, on accède à différents points distincts les uns des autres dans l'espace. En d'autres termes, lors de la mise en œuvre du procédé de l'invention, il est opéré un mouvement relatif entre le moyen d'analyse et l'écoulement permanent du milieu.

Pour la mise en œuvre de cette première variante, il est tout d'abord possible de déplacer ce micro-réacteur tout en maintenant fixe le moyen d'analyse. A titre d'alternative, il est également possible de déplacer le moyen d'analyse tout en maintenant fixe le micro-réacteur.

Il est également possible de réaliser plusieurs mesures en le même point, distinctes les unes des autres dans le temps, tout en maintenant mutuellement immobiles le moyen d'analyse et le milieu dans lequel intervient la transformation. Ceci permet, dans le cas où l'écoulement s'opère tout d'abord en régime transitoire, d'accéder à de nombreuses informations concernant ce type de régime, avant que ne s'établisse le régime permanent.

Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, le moyen d'analyse est non destructif à l'égard du milieu, dans lequel s'opère la transformation. Ceci évite donc toute interaction, notamment de type physico-chimique, entre le moyen d'analyse et le milieu, qui serait susceptible d'altérer la qualité de des paramètres.

Selon un premier mode de réalisation, le moyen d'analyse est invasif. Ceci signifie donc qu'il pénètre, de manière physique, au travers d'au moins une paroi du micro-

réacteur. Dans ce cas, il s'agit par exemple d'un capteur de température.

Selon un autre mode de réalisation, on accède à l'écoulement en régime permanent au travers d'une zone du micro-réacteur qui est perméable au moyen d'analyse. En d'autres termes, le moyen d'analyse est à même de traverser la zone précitée, sans altération de ses propres caractéristiques.

Cette zone perméable peut former sensiblement l'intégralité du corps du micro-réacteur ou, en variante, être rapportée. Dans cette dernière hypothèse, il peut par exemple s'agir d'une fenêtre fixée, notamment par brasage, sur ce corps du micro-réacteur.

On conçoit que la nature de la zone perméable varie en fonction de la nature même du moyen d'analyse. Ainsi, cette zone peut être perméable aux ondes, notamment être perméable au rayonnement visible, au rayonnement ultraviolet, ou encore à tout rayonnement électromagnétique.

On rappelle que la transformation, dont on se propose de déterminer les paramètres grâce à l'invention, est notamment une réaction, par exemple de type chimique et/ou physique, ou encore une cristallisation.

Selon une autre caractéristique de l'invention, le débit de l'écoulement permanent est compris entre 1 ml/h et 1 l/h, de préférence entre 0,1 l/h et 1 l/h.

Selon un premier mode de réalisation de l'invention, on détermine des paramètres propres à la transformation, en tant que caractéristiques représentatives de cette transformation. On rappellera que, comme énoncé ci-dessus, de tels paramètres sont par exemple la concentration en l'un et/ou l'autre des réactifs, réactants et/ou produits intervenant au sein de la transformation, ou encore la température ou bien la densité.

Selon un second mode de réalisation de l'invention, on détermine des paramètres de conduite de cette transformation, en tant que caractéristiques représentatives de cette transformation. De tels paramètres
5 de conduite sont notamment des modifications apportées à la température, au débit et à la concentration en entrée des produits intervenant lors de la transformation.

Dans ce second mode de réalisation, on dispose de façon avantageuse le ou chaque micro-réacteur, au sein
10 duquel on détermine les paramètres de conduite de la transformation, en parallèle avec d'autres micro-réacteurs, et on alimente ces différents micro-réacteurs au moyen de mêmes milieux, possédant les mêmes débits et selon les mêmes conditions opératoires.

De la sorte, ces différents micro-réacteurs forment un
15 unique réacteur, susceptible de présenter une échelle pilote, voire industrielle. Par ailleurs, il est à noter que les autres micro-réacteurs sont de type classique, à savoir qu'ils sont notamment dépourvus de moyens d'accès à
20 l'écoulement en régime permanent.

Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, on alimente ces différents micro-réacteurs placés en parallèle, au moyen d'une unique ligne d'alimentation amont.

Selon une autre caractéristique avantageuse, on
25 obtient au moins une valeur instantanée d'au moins une grandeur caractéristique du milieu, on compare la ou chaque valeur instantanée avec une valeur de consigne de la ou de chaque grandeur caractéristique et on modifie la conduite
30 de la transformation, en fonction de la valeur du rapport entre cette valeur mesurée et cette valeur de consigne.

L'invention a également pour objet une installation de détermination des paramètres d'une transformation physique et/ou chimique, notamment d'une réaction, pour la mise en

œuvre du procédé tel que défini ci-dessus, cette transformation intervenant dans un milieu, notamment réactionnel, comprenant :

5 - au moins un premier micro-réacteur, au sein duquel ledit milieu est propre à s'écouler ;

- un moyen d'analyse;

- des moyens d'accès à au moins un point d'un écoulement en régime permanent du milieu, dans au moins une région du premier micro-réacteur ;

10 - des moyens de réalisation d'au moins une mesure d'au moins une grandeur caractéristique du milieu en le ou chaque point ; et

- des moyens de détermination de caractéristiques représentatives de la transformation, en fonction du
15 résultat de la ou de chaque mesure.

Selon d'autres caractéristiques de l'invention :

- il est prévu des moyens de déplacement, propres à déplacer l'un par rapport à l'autre le moyen d'analyse et le micro-réacteur ;

20 - le moyen d'analyse est non destructif à l'égard du milieu réactionnel ;

- le moyen d'analyse est intrusif, notamment le capteur d'une sonde ;

25 - les moyens d'accès comprennent une zone du micro-réacteur qui est perméable au moyen d'analyse, notamment une vitre transparente à la lumière visible ;

- les moyens de détermination des caractéristiques représentatives de la transformation sont des moyens de détermination de paramètres propres à cette
30 transformation ;

- les moyens de détermination des paramètres propres à cette transformation comprennent un calculateur ;

- les moyens de détermination des caractéristiques représentatives de la transformation sont des moyens de

détermination de paramètres de conduite de cette transformation ;

- les moyens de détermination des paramètres de conduite de la transformation comprennent une boucle de
5 régulation ;

- la boucle de régulation possède une ligne de mesure mise en communication avec le moyen d'analyse, apte à fournir au moins une valeur instantanée d'au moins une grandeur caractéristique, une ligne de consigne apte à
10 fournir au moins une valeur de consigne d'au moins une grandeur caractéristique, ainsi qu'une ligne de sortie mise en relation avec des moyens de conduite de la transformation ;

- l'installation comprend en outre au moins un autre
15 micro-réacteur, mis en parallèle avec le ou chaque premier micro-réacteur ; et

- ces différents micro-réacteurs sont alimentés au moyen d'une unique ligne d'alimentation amont.

L'invention va être décrite ci-après, en référence aux
20 dessins annexés, donnés uniquement à titre d'exemple non limitatif, dans lesquels :

- la figure 1 est une vue de face, illustrant de façon schématique les différents éléments d'une installation conforme à l'invention ;

25 - la figure 2 est une vue en perspective, à plus grande échelle, illustrant la mise en œuvre du procédé conforme à l'invention dans une région spécifique de l'installation de la figure 1 ; et

- la figure 3 est une vue de face, analogue à la
30 figure 1, illustrant de façon schématique les différents éléments d'une installation conforme à une variante de réalisation de l'invention.

La figure 1 illustre un micro-réacteur, désigné dans son ensemble par la référence 1. Ce dernier comprend un

corps 2, réalisé par exemple en métal ou acier inoxydable, dans lequel sont ménagées, de façon connue en soi, deux entrées 3, dans lesquelles peuvent être introduits deux réactifs différents. Cependant, à titre de variante, il
5 peut être prévu un nombre différent d'entrées, par exemple entre 1 et 10, de préférence entre 2 et 3.

En aval de ces entrées 3 sont formés différents canaux amont 4, réalisés en parallèle. A titre indicatif, ces canaux sont prévus par exemple au nombre de 124, leur
10 section transversale étant par exemple de $0,005 \text{ mm}^2$.

Cependant, à titre de variante, on peut prévoir un nombre différent de canaux, par exemple compris entre 1 et 10 000, avantageusement entre 10 et 1 000, dont la section transversale est différente de l'exemple ci-dessus.

15 En aval de ces canaux amont 4 s'étend une zone d'étranglement 5, qui débouche dans un canal aval 6, dit principal, dont la longueur est par exemple de 40 mm et dont la section est par exemple de $0,25 \text{ mm}^2$.

A titre de variante, on peut conférer au canal 6 une
20 longueur différente de celle mentionnée ci-dessus, par exemple comprise entre 1 mm et 1 m, de préférence entre 15 et 50 mm, ainsi qu'une section différente de celle mentionnée ci-dessus. En outre, ce canal 6, qui a été représenté sous forme rectiligne, peut également présenter
25 des profils différents, tels que notamment sinusoïdal.

A titre de variante, on peut prévoir de dissocier, de manière physique, les canaux amont 4 par rapport au canal aval 6. Dans cette optique, les différents canaux 4 sont réalisés par exemple au sein d'une première plaque, qui
30 peut être rendue solidaire, de façon amovible, par rapport à une autre plaque dans laquelle est ménagé le canal principal 6.

En revenant à la figure 1, ce canal principal 6 débouche dans une sortie 7, reliée par exemple à un système

classique de traitement d'effluents. Le micro-réacteur 1 comprend en outre un capot non représenté, dans lequel est intégrée une vitre transparente 8, grâce à tout moyen de fixation approprié. Une fois que le capot recouvre le corps 2, la vitre 8 s'étend au-dessus d'au moins une partie du canal principal 6. Dans un but de clarté, on a représenté les contours de cette vitre 8 en traits mixtes sur la figure 1.

Il est par ailleurs prévu des moyens non représentés, par exemple électriques ou pneumatiques, destinés à entraîner de façon connue les réactifs depuis les entrées 3 vers la sortie 7, via les canaux 4, l'étranglement 5 et le canal principal 6. L'installation, représentée sur cette figure 1, comprend en outre un appareil d'analyse 10, qui est en l'occurrence de type Raman. En service, cet analyseur 10 tire parti d'un faisceau laser 11, formant un moyen d'analyse.

Un exemple non limitatif de mise en œuvre du procédé de l'invention va maintenant être décrit, en référence aux figures 1 et 2.

On introduit en continu, dans les entrées 3, deux réactifs, à savoir respectivement A et B, qui s'écoulent au travers des canaux 4, puis progressent dans l'étranglement 5 jusqu'à s'écouler dans le canal principal 6, selon les flèches F à la figure 2. Il est à remarquer que les étapes immédiatement décrites ci-dessus ont permis de mélanger, de façon très intime, les réactifs A et B.

A titre de variante, on peut prévoir un agencement différent de celui décrit, qui autorise cependant un bon mélange des réactifs au moins dès le premier point de mesure, par exemple l'entrée du canal principal 6. Dans cette optique, les différents canaux du micro-réacteur peuvent notamment affecter une forme de T, comme cela est connu en soi.

En revenant à l'exemple de mise en œuvre, on suppose que ce mélange formé par A et B constitue un milieu, en l'occurrence réactionnel, susceptible de subir une transformation, en l'occurrence une réaction chimique. Les
5 produits de cette réaction sont notés C et D.

Lorsque l'écoulement du mélange formé par A et B atteint un régime permanent, il s'agit de diriger le faisceau 11 en un premier point 6_1 du milieu réactionnel. Dans un but de clarté, on a affecté de la référence 11_1 la
10 position P de ce faisceau 11 à un temps de séjour t_s du milieu.

Dans cette position 11_1 , le faisceau 11 procède alors une mesure d'au moins une grandeur représentative du milieu réactionnel. Il s'agit par exemple des concentrations en
15 réactifs $[A]_1$ et $[B]_1$ ainsi qu'en produits de la réaction $[C]_1$ et $[D]_1$, ou encore de la température ou de la densité du milieu réactionnel.

Une fois réalisée la mesure précitée, on déplace le faisceau 11 le long du canal 6, en direction de l'aval de ce dernier, selon la flèche F'. Ce faisceau est alors
20 dirigé vers un autre point du milieu réactionnel, noté 6_2 , qui correspond à une position $P+\delta P$ de ce faisceau, notée 11_2 , qui est relative à un temps de séjour $t_s+\delta t_s$ du milieu réactionnel.

25 Dans sa seconde position 11_2 , le faisceau 11 procède alors à une seconde mesure d'au moins une grandeur représentative du milieu réactionnel, de façon analogue à ce qui a été décrit en référence à la première position 11_1 . Il s'agit par exemple des concentration $[A]_2$, $[B]_2$, $[C]_2$ et
30 $[D]_2$. Puis on continue à déplacer, de façon non représentée, le faisceau 11 vers l'aval du canal 6, de sorte qu'il procède à une série de mesures d'au moins une grandeur représentative du milieu réactionnel.

A l'issue de cette série de mesures, la connaissance de ces différentes grandeurs permet d'accéder, de façon connue en soi, aux différents paramètres de la réaction. Cette détermination est par exemple mise en œuvre grâce à un calculateur 10', qui est intégré à l'analyseur 10.

Enfin, il convient de remarquer qu'il est également envisageable de ne pas déplacer le faisceau 11 par rapport au micro-réacteur 1, en fonction du temps. Dans ces conditions, le faisceau laser 11 permet la réalisation de différentes mesures, en des points distincts les uns des autres non plus dans l'espace, mais dans le temps. Ceci permet notamment de vérifier la reproductibilité des mesures et, par conséquent, de s'assurer de la permanence du régime.

La figure 3 illustre une variante de réalisation de l'invention.

Le micro-réacteur 1, associé à l'appareil d'analyse 10, est intégré au sein d'une installation, qui comprend (n-1) autres micro-réacteurs, affectés des références 1₂ à 1_n. Il est à noter que ces autres micro-réacteurs sont globalement identiques à celui référencé 1. Cependant, ils sont dépourvus d'une zone perméable à un moyen d'analyse, telle la vitre transparente 8 de la figure 1.

Ces n micro-réacteurs 1 à 1_n sont alimentés par une ligne principale amont L, qui se divise en n lignes secondaires amont, référencées L₁ à L_n. En aval de ces micro-réacteurs sont prévues des lignes secondaires aval L'₁ à L'_n, qui sont regroupées en une unique ligne principale aval L'.

Il est à noter que, dans les lignes principales L et L', le milieu réactionnel possède un débit noté Q. Par ailleurs, dans chacune des lignes secondaires, respectivement L₁ à L_n et L'₁ à L'_n, ce milieu possède les mêmes débits, à savoir Q/n.

Il convient de remarquer que l'installation de la figure 3 forme un unique réacteur, susceptible de présenter une échelle pilote ou industrielle, formée par répllication des micro-réacteurs, qui peuvent être prévus en un très grand nombre, par exemple de l'ordre de 100. A cet égard, quand bien même le débit Q/n au sein de chaque micro-réacteur est relativement faible, le débit global Q est susceptible de présenter des valeurs élevées, puisqu'un très grand nombre de micro-réacteur peuvent être placés en parallèle.

En service, les différentes transformations intervenant au sein des micro-réacteurs 1 à 1_n sont toutes identiques, en ce qui concerne leur nature et leur avancement. En effet, ces différents micro-réacteurs sont alimentés au moyen des mêmes produits, avec les mêmes débits, tout en étant placés dans les mêmes conditions opératoires.

Il s'agit alors de procéder à une série de mesures des grandeurs représentatives du milieu réactionnel, s'écoulant dans le réacteur 1. Cette opération est menée à bien de façon analogue à ce qui a été décrit ci-dessus, en référence aux figures 1 et 2.

Ces grandeurs représentatives, dites instantanées, constituent la mesure m d'une boucle de régulation, notée BR. Par ailleurs, la consigne c de cette boucle de régulation BR est constituée par des valeurs de référence des grandeurs représentatives précitées de la transformation.

Enfin, la sortie g de cette boucle de régulation est dirigée vers un appareillage, désigné dans son ensemble par la référence 12. Ce dernier permet de modifier les paramètres généraux de conduite du procédé, permettant la mise en œuvre de la transformation.

Il est à noter que, dans le mode de réalisation de la figure 3, les paramètres propres à la transformation elle-même ne sont pas déterminés par l'appareil d'analyse lui-même, puisqu'ils sont déjà connus au préalable. L'appareil
5 d'analyse permet donc, à chaque instant, de comparer les grandeurs instantanées, caractéristiques du milieu où s'opère la transformation, avec des valeurs de consigne. Ceci permet, le cas échéant, de modifier en temps réel les paramètres généraux du réacteur global, formé par les
10 différents micro-réacteurs en parallèle, de façon à rapprocher les grandeurs instantanées des valeurs de consigne prédéfinies.

A titre de variante non représentée, on peut réaliser des mesures telles que celles opérées au niveau du micro-
15 réacteur 1, sur plusieurs de ces micro-réacteurs. Les différentes valeurs instantanées mesurées sont alors comparées entre elles, par exemple pour fournir une valeur moyenne qui est alors comparée à une valeur de consigne. Ceci autorise une vérification du bon fonctionnement des
20 différents micro-réacteurs et, par conséquent, de la bonne parallélisation du débit d'entrée.

REVENDICATIONS

1. Procédé de détermination des caractéristiques
5 représentatives d'une transformation physique et/ou chimique, notamment d'une réaction, cette transformation intervenant dans un milieu, notamment réactionnel, s'écoulant au sein d'au moins un micro-réacteur (1), dans lequel :

10 - on réalise un écoulement en régime permanent du milieu dans au moins une région (6) du micro-réacteur ;

- on accède, par l'intermédiaire d'un moyen d'analyse (11), à au moins un point (6_1 , 6_2) de l'écoulement permanent ;

15 - on réalise au moins une mesure d'au moins une grandeur caractéristique du milieu, en le ou en chaque point (6_1 , 6_2), par l'intermédiaire du moyen d'analyse (11) ; et

- on détermine (par 10' ; BR) des
20 caractéristiques représentatives de la transformation, en fonction du résultat de la ou de chaque mesure.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on accède à différents points (6_1 , 6_2) de l'écoulement permanent, qui sont distincts les uns des autres dans le
25 temps et/ou dans l'espace.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on accède à différents points (6_1 , 6_2) distincts les uns des autres dans l'espace.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce
30 que, en vue de l'accès à ces différents points, on déplace le micro-réacteur tout en maintenant fixe le moyen d'analyse.

5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que, en vue d'accéder à ces différents points, on déplace

le moyen d'analyse tout en maintenant fixe le micro-réacteur fixe.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le moyen d'analyse est
5 non destructif à l'égard du milieu réactionnel.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le moyen d'analyse est invasif, notamment le capteur d'une sonde.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1
10 à 6, caractérisé en ce qu'on accède au ou à chaque point de l'écoulement permanent au travers d'une zone (8) du micro-réacteur (1) qui est perméable au moyen d'analyse (11), notamment une vitre (8) transparente à la lumière visible.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications
15 précédentes, caractérisé en ce que la transformation est une réaction chimique et/ou physique.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la transformation est une cristallisation.

20 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'écoulement permanent possède un débit compris entre 1 ml/h et 1 l/h, de préférence entre 0,1 l/h et 1 l/h.

25 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on détermine (par 10') des paramètres propres à la transformation, en tant que caractéristiques représentatives de cette transformation.

30 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'on détermine (par BR) des paramètres de conduite de cette transformation, en tant que caractéristiques représentatives de cette transformation.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'on dispose le ou chaque micro-réacteur (1), au sein duquel on détermine les paramètres de conduite de la

transformation, en parallèle avec d'autres micro-réacteurs ($1_2, \dots, 1_n$), et on alimente ces différents micro-réacteurs au moyen de mêmes milieux, possédant les mêmes débits et selon les mêmes conditions opératoires.

5 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'on alimente ces différents micro-réacteurs ($1, 1_2, \dots, 1_n$) placés en parallèle, au moyen d'une unique ligne d'alimentation amont (L).

10 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce qu'on obtient au moins une valeur instantanée (m) d'au moins une grandeur caractéristique du milieu, on compare la ou chaque valeur instantanée avec une valeur de consigne (c) de la ou de chaque grandeur caractéristique et on modifie (par s) la
15 conduite de la transformation, en fonction de la valeur du rapport entre cette valeur mesurée et cette valeur de consigne.

17. Installation de détermination des caractéristiques représentatives d'une transformation physique et/ou
20 chimique, notamment d'une réaction, pour la mise en œuvre du procédé conforme à l'une quelconque des revendications précédentes, cette transformation intervenant dans un milieu, notamment réactionnel, comprenant :

- au moins un premier micro-réacteur (1), au sein
25 duquel ledit milieu est propre à s'écouler ;
- un moyen d'analyse (11) ;
- des moyens (8) d'accès à au moins un point d'un écoulement en régime permanent du milieu, dans au moins une région (6) du premier micro-réacteur ;
- 30 - des moyens (10, 11) de réalisation d'au moins une mesure d'au moins une grandeur caractéristique du milieu en le ou chaque point ; et

- des moyens (10' ; BR) de détermination de caractéristiques représentatives de la transformation, en fonction du résultat de la ou de chaque mesure.

18. Installation selon la revendication 17, caractérisée en ce qu'il est prévu des moyens de déplacement, propres à déplacer l'un par rapport à l'autre le moyen d'analyse (11) et le micro-réacteur (1).

19. Installation selon la revendication 17 ou 18, caractérisée en ce que le moyen d'analyse est non destructif à l'égard du milieu réactionnel.

20. Installation selon l'une quelconque des revendications 17 à 19, caractérisée en ce que le moyen d'analyse est intrusif, notamment le capteur d'une sonde.

21. Installation selon l'une quelconque des revendications 17 à 19, caractérisée en ce que les moyens d'accès comprennent une zone (8) du micro-réacteur (1) qui est perméable au moyen d'analyse (11), notamment une vitre (8) transparente à la lumière visible.

22. Installation selon l'une quelconque des revendications 17 à 21, pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication 12, caractérisée en ce que les moyens de détermination des caractéristiques représentatives de la transformation sont des moyens (10') de détermination de paramètres propres à cette transformation.

23. Installation selon la revendication 22, caractérisée en ce que les moyens de détermination des paramètres propres à cette transformation comprennent un calculateur (10').

24. Installation selon l'une quelconque des revendications 17 à 21, pour la mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 16, caractérisée en ce que les moyens de détermination des caractéristiques représentatives de la transformation sont

des moyens (BR) de détermination de paramètres de conduite de cette transformation.

25. Installation selon la revendication 24, caractérisée en ce que les moyens de détermination des
5 paramètres de conduite de la transformation comprennent une boucle de régulation (BR).

26. Installation selon la revendication 25, caractérisée en ce que la boucle de régulation (BR) possède une ligne de mesure (m) mise en communication avec le moyen
10 d'analyse (11), apte à fournir au moins une valeur instantanée d'au moins une grandeur caractéristique, une ligne de consigne (c) apte à fournir au moins une valeur de consigne d'au moins une grandeur caractéristique, ainsi qu'une ligne de sortie (s) mise en relation avec des moyens
15 (12) de conduite de la transformation.

27. Installation selon l'une quelconque des revendications 24 à 26, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre au moins un autre micro-réacteur ($1_2, \dots, 1_n$), mis en parallèle avec le ou chaque premier micro-réacteur (1).

20 28. Installation selon la revendication 27, caractérisée en ce que ces différents micro-réacteurs ($1, 1_2, \dots, 1_n$) sont alimentés au moyen d'une unique ligne d'alimentation amont (L).

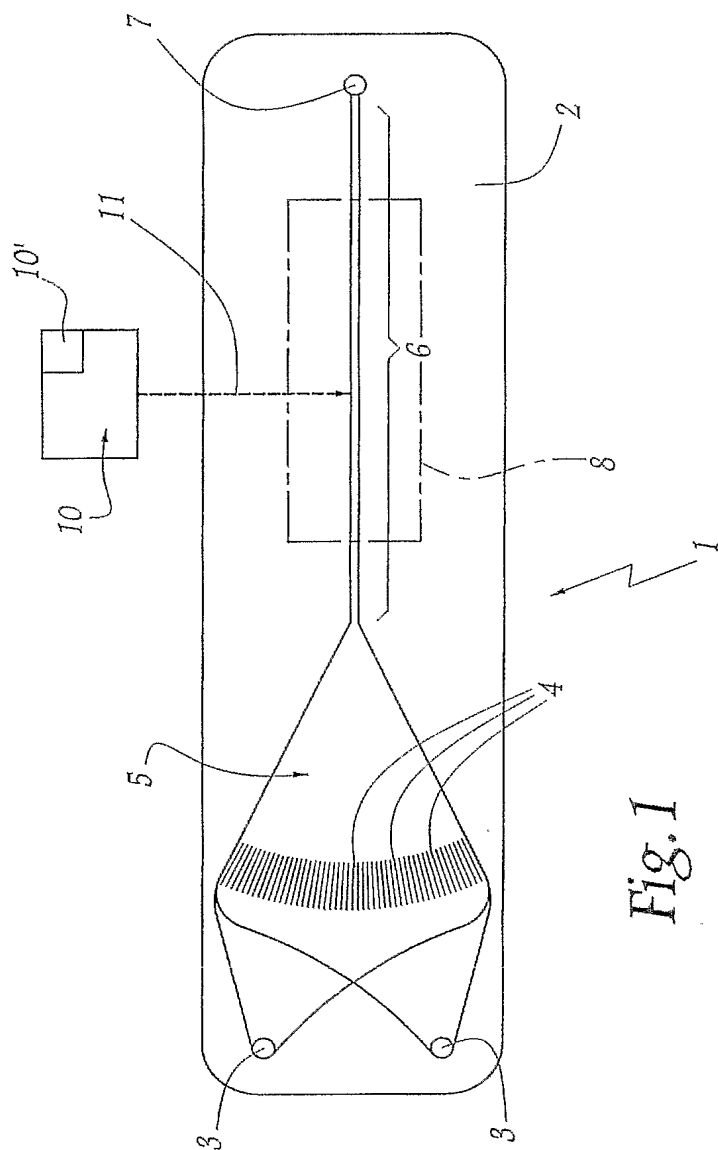


Fig. 1

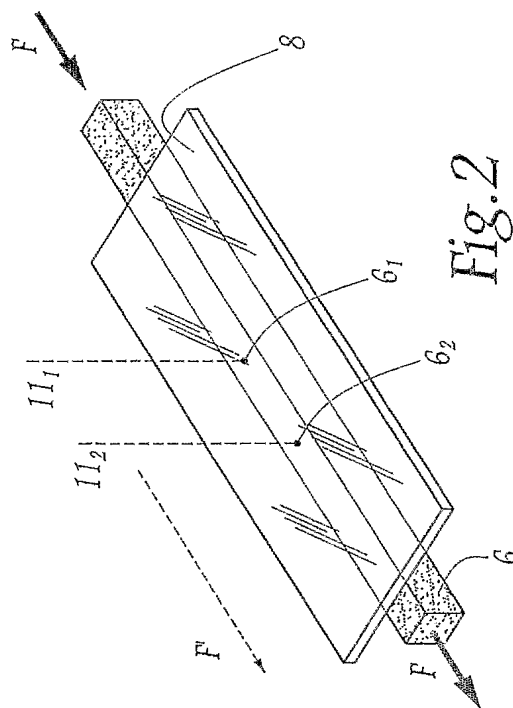


Fig. 2

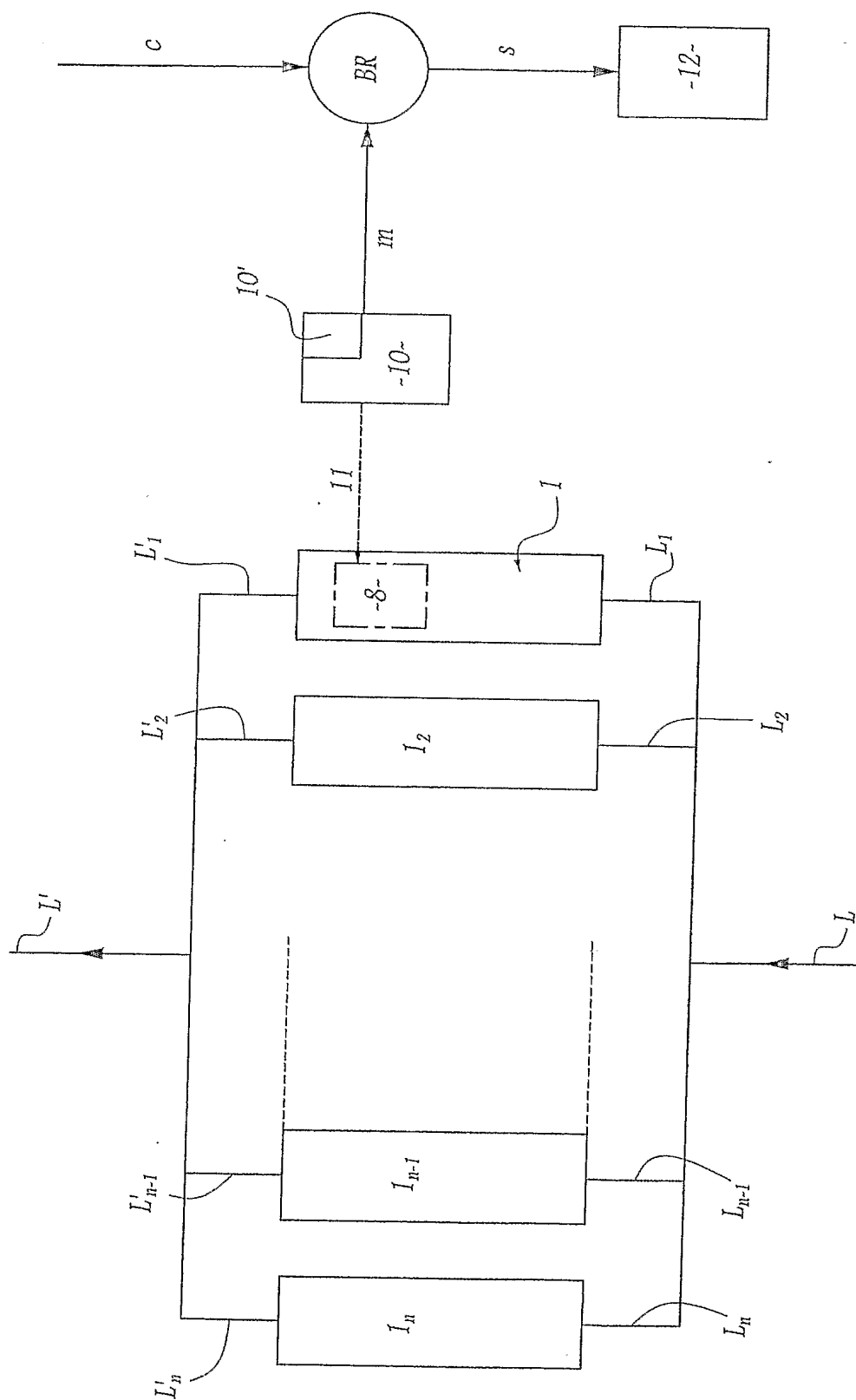
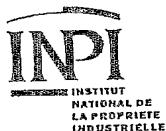


Fig. 3



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235*03

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../1..

INV

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 270601

Vos références pour ce dossier (facultatif)		BFF 03L0108 (R03176)
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0315396
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
PROCÉDE ET INSTALLATION DE DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES REPRESENTATIVES D'UNE TRANSFORMATION PHYSIQUE ET/OU CHIMIQUE INTERVENANT DANS UN MICRO-REACTEUR		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
RHODIA CHIMIE		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :		
<input checked="" type="checkbox"/> 1	Nom	METZ
	Prénoms	François
	Adresse	Le Verger du Marjolet N° 2
	Rue	28bis rue du Marjolet
	Code postal et ville	619151401 IRIGNY
Société d'appartenance (facultatif)		
<input checked="" type="checkbox"/> 2	Nom	PITIOT
	Prénoms	Pascal
	Adresse	25, rue Robin
	Rue	
	Code postal et ville	619101017 LYON
Société d'appartenance (facultatif)		
<input checked="" type="checkbox"/> 3	Nom	HENROT
	Prénoms	Serge
	Adresse	Les Prés de la rivière Platte
	Rue	
	Code postal et ville	619141401 SAINTE-CATHERINE
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
DATE ET SIGNATURE(S)		
DU (DES) DEMANDEUR(S)		
OU DU MANDATAIRE		
(Nom et qualité du signataire)		
24 décembre 2003		
CABINET LAVOIX		
Jean-Philippe SCHOULLER		
cpi n° 00-0409		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



01 0 7 2

22

01 0 7 2

01 0 7 2



4 2 2 2